

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-069220

(43)Date of publication of application : 29.03.1988

(51)Int.Cl.

H01L 21/205

(21)Application number : 61-214458

(71)Applicant : NEG CORP

(22)Date of filing : 10.09.1986

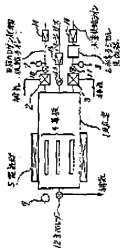
(72)Inventor : ISHIKO MASAYASU

## (54) MANUFACTURE OF GROUP IV SEMICONDUCTOR THIN FILM

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To grow a group IV thin film of monoatomic layer order over a wide area, by repeating alternately a process to supply group IV halide or group IV halide radical and a process to supply hydrogen radical.

**CONSTITUTION:** After the pressure in a reaction chamber 1 is decreased, the temperature of a substrate 4 is kept at 500° C. Trichlorosilane as a group IV source is made to flow toward a 100SCCM exhaust pipe. At the same time, hydrogen plasma is generated by hydrogen radical generator 6. Pressure valves 10 and 11 are so adjusted that vacuum inditors 7 and 8 show 1 Torr. Firstly, the reaction chamber side of a cross valve 2 is opened for 3 seconds to flow the trichlorosilane. Next, the cross valve 2 is shut for 2 seconds, and purge gas is made to flow to replace the inside of the reaction chamber. A cross valve 3 is opened to flow hydrogen radical for 3 seconds. The cross valve 3 is shut for 2 seconds, and purge gas is made to flow. These processes are designated as a cycle, specified frequencies of which are repeated. Thereby, a group IV thin film of monoatomic layer order is grown over a wide area.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A) 昭63-69220

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和63年(1988)3月29日

H 01 L 21/205

7739-5F

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 IV族半導体薄膜の製造方法

⑯ 特 願 昭61-214458

⑰ 出 願 昭61(1986)9月10日

⑱ 発 明 者 石 子 雅 康 東京都港区芝5丁目33番1号 日本電気株式会社内

⑲ 出 願 人 日本電気株式会社 東京都港区芝5丁目33番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 内 原 晋

## 明 細 書

発明の名称

IV族半導体薄膜の製造方法

特許請求の範囲

少くとも1以上のIV族元素を含むハロゲン化物又はそのラジカルを供給して基板表面に吸着させる第1の工程と、前記IV族元素を含むハロゲン化物又はそのラジカルが吸着された基板表面に水素ラジカルを供給する第2の工程とを交互におこなうことを特徴とするIV族半導体薄膜の製造方法。

発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はIV族半導体薄膜の製造方法に関する。

〔従来の技術〕

シリコンを始めとするIV族半導体は半導体工業の中心材料であり、その薄膜も応用範囲を広げている。例えば太陽電池や薄膜トランジスタあるいは

はSOI等や半導体デバイスのエピタキシャル層や最近注目される超格子デバイス等である。従来、このようなIV族半導体薄膜は減圧あるいは常圧のCVD(化学的気相成長法)やMBE、プラズマ等を利用したCVD等数多くの方法で製造されている。これらの方法で良質な単結晶、多結晶あるいは非晶質の薄膜が製造されている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

従来技術ではガス流量やガス圧力、基板温度等を精密に制御しなければ再現性ある結果が得られなかった。また成膜時間も精密に制御しなければならぬ。更に膜厚分布を均一にするためにガスの流れ方を検討したり、基板を回転したり、温度分布を精密に制御する等、多くの工夫が必要であった。しかし、基板が大型化するとに伴い、広い面積にわたり膜厚が均一で、かつ再現性良く製造することがますます困難となってきた。また、原子層オーダーで成長膜厚を精密に制御可能であれば半導体デバイスの特性向上が図れる。更に近年注目されている超格子構造を有している新デバイ

ス開発も、原子層オーダーの膜厚制御が重要である。しかし、前述したように、数多くの製造パラメータ及び製造装置に依存して、成長速度が異なるため、再現性良く原子層オーダーの膜厚制御は困難であった。

本発明の目的は、広い面積にわたり原子層オーダーで膜厚が均一なIV族半導体薄膜の製造方法を提供することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明のIV族半導体薄膜の製造方法は、少くとも1以上のIV族元素を含むハロゲン化合物又はそのラジカルを供給して基板表面に吸着させる第1の工程と、前記IV族元素を含むハロゲン化合物又はそのラジカルが吸着された基板表面に水素ラジカルを供給する第2の工程とを交互におこなうという構成を有している。

〔作用〕

第1の工程は基板表面原子とIV族元素を含む分子あるいはそのラジカルが化学吸着する工程である。このとき、吸着分子のハロゲン元素が完全に

脱離せず、かつ2分子層以上の吸着層が形成されにくいように、例えば基板温度等の条件を設け、このような条件下では、基板表面に入射した分子あるいはそのラジカルが、単分子層を形成した時点で自動的に化学吸着反応が終了する。更に吸着現象を利用しているため、ガスの流れ方等、製造装置の構造に依存せず広い面積にわたって単分子吸着層を形成することが可能である。このとき、基板を回転させる等、従来膜厚分布の均一性向上のため用いられている工夫は必要ない。次に第2の工程は単分子層吸着した分子に残留しているハロゲン元素を水素ラジカルを用い剥離する工程である。これにより、単分子吸着層をIV族単原子層に還元している。この工程は、表面吸着層が完全にIV族原子層に還元された時点で終了し、これ以上何ら不都合な反応は生じない。尚、水素ラジカルの寿命が長い場合、広い面積にわたって完全に前記還元反応を生じせしめることは容易である。

以上述べたように本発明によるIV族半導体薄膜の製造方法では、前記第1の工程および前記第2

の工程を交互にくり返す毎に、単原子層オーダーでIV族薄膜を広い面積にわたって均一に成長させることが可能である。したがって、成長膜厚は前記第1および第2の工程のくり返し回数によって精密に制御可能である。更に前記第1および第2の工程の手順を1サイクルとすると、1サイクルで成長する膜厚は供給ガス圧力、流量およびガスの流れ方等のパラメータに依存しない。このために、製造装置形状にほとんど依存しないので、かつ多数枚の基板を一度に成膜できるという利点をもっている。1サイクルで1原子層程度の成長であるため、成膜時間は長くなるが、前述したように大面積基板を多数枚同時に処理可能であるため、トータルなスループットは低くない。

また、本発明を用いれば成膜温度を従来技術より低くできる点があげられる。この理由に関してはまだ明確ではないが、次のように考えられる。まず表面の化学吸着現象を利用しているため、吸着分子を完全に分解させる必要がない点である。次に表面にのみ吸着した分子を水素ラジカ

ルで還元させる表面反応であるため高い基板温度を必要としないと考えられる。

従来より低温で成長が可能となったために、下地層からの不純物拡散等の好ましくない影響を少なくできるとともに石英等非晶質基板上にも特長の大きな多結晶成膜が可能となった。

〔実施例〕

以下、本発明の実施例について図面を参照して説明する。

〔実施例1〕

本実施例に使用した半導体薄膜製造装置のブロック図を第1図に示す。本実施例ではシリコンの塩化物をIV族ソース（図示せず）に利用している。水素ラジカルは10%純水素を高周波あるいはマイクロ波によりプラズマを発生させて生成させている。反応室1は石英であり10<sup>-4</sup> Torrまで排気可能である。ガス導入にあたり、三方弁2、3をコントローラで制御してシリコンの塩化物又は水素ラジカルを交互に反応室1に導く。加熱

は電気炉5によりおこなわれている。真空ポンプでそれぞれ反応室1、排気ガス等を排気している。ここでは、この装置を用いガラス基板上に成膜した多結晶シリコン薄膜について述べる。まず反応室1を $10^{-4}$ Torr台まで減圧した後、基板温度を500℃とする。N族ソースとして用いたトリクロロシランを100sccm排気管の方に流し、安定させるため20分程度そのままの状態にする。同時に水素ラジカル生成器6において水素プラズマを発生させる。このとき水素流量は100sccmである。真空計7、8の値が1Torrとなるように圧力調整バルブ10、11を調整する。まず3秒間三方弁2を反応室側としてトリクロロシランを流す。次に2秒間三方弁2を閉として、バージガス(ArあるいはN<sub>2</sub>)を流し反応室内を置換する。次に三方弁3を3秒間開き水素ラジカルを流す。次に2秒間三方弁3を閉として、バージガスを流す。これらの手順を1サイクルとして、所定のサイクル数だけくり返す。1サイクルで約1.5人強

50℃とした。手順は実施例1と同様に3秒間トリクロロシランのラジカル供給、2秒間の置換後3秒間水素ラジカル供給をおこなう。続いて2秒間の置換後トリクロロシランのラジカル供給と、一連の手順を1サイクルとして所定の回数だけくり返す。

成膜された膜はシリコンのエピタキシャル層であった。本実施例によるN族半導体薄膜の製造方法は、成膜時間が従来方法より長くなるものの、原子層オーダーでの膜厚制御および大面積基板を多数枚一度に成膜できるため総合スループットでは従来方法と大差ない。更に低温で原子層オーダーの膜厚コントロールが可能となったため、従来方法よりデバイス特性の向上はもとより、新しいデバイス製造の可能性も生まれた。なお、実施例1と同様に各種P族ハロゲン化合物や、適当な不純物添加等をおこなっても同様な効果を得ることができる。

(発明の効果)

N族ハロゲン化合物あるいはN族ハロゲン化合物

の成長が認められた。電子線回折により良好な多結晶シリコンであることがわかった。3000Åサイクルで4700Å程度の膜厚を得ることができ、膜厚分布は±1%以内と非常に均一であった。

本実施例ではトリクロロシランを用いたがジクロロシランや四塩化シリコンあるいは他のハロゲン化合物を用いてもよい。また同様にゲルマニウムの塩化物あるいは他のハロゲン化合物を用いてもよい。なお、電気的特性等、応用目的に応じて適当な不純物を適当なサイクル数毎に、あるいは原料ガス中に添加することが可能である。

(実施例2)

本実施例に使用した半導体薄膜製造装置のブロック図を第2図に示す。この装置は実施例1で使用した装置と基本的には同じであるが、N族ハロゲン化合物のラジカル生成器27が新たに追加されている。N族ハロゲン化合物のラジカルは高周波あるいはマイクロ波放電を利用して生成される。N族ハロゲン化合物としてトリクロロシランを用いた。基板は単結晶シリコンを用い、基板温度を5

のラジカルを供給する第1の工程と水素ラジカルを供給する第2の工程を交互にくり返すことによりN族半導体薄膜を製造する本発明の方法は、原子層オーダーで成長膜厚を制御できると同時に比較的低温で広い面積にわたって均一に成膜することを可能とした。この結果、ガラス基板上に良好な多結晶薄膜を形成したり、結晶基板上にエピタキシャル成長させることが可能となる効果がある。更に原子層オーダーで膜厚制御できることを利用して、縦格子構造のデバイス製造も可能になる効果もある。

図面の簡単な説明

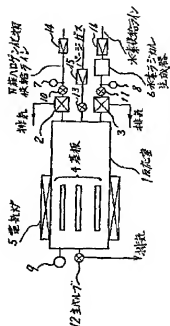
第1図は本発明の実施例1に使用した半導体薄膜製造装置のブロック図。

第2図は本発明の実施例2に使用した半導体薄膜製造装置のブロック図である。

1…反応室、2、3…三方弁、4…基板、5…電気炉、6…水素ラジカル生成器、7、8、9…真空計、10、11…圧力調整バルブ、12…主

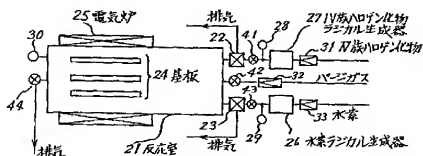
バルブ、13…圧力調整バルブ、14、15、16…流量計、21…反応室、22、23…三方弁、24…基板、25…電気炉、26…水素ラジカル生成器、27…Nハロゲン化物のラジカル生成器、28、29、30…真空計、31、32、33…流量計、41、42、43…圧力調整バルブ、44…主バルブ。

代理人 弁理士 内 原



2, 3 ……三方弁  
7, 8, 9 ……真空計  
10, 11, 12 ……圧力調整バルブ  
14, 15, 16 ……流量計

図 1 第 1 部



22, 23 ……三方弁  
28, 29, 30 ……真空計  
41, 42, 43 ……圧力調整バルブ  
44 ……主バルブ

第 2 図

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-148257  
(43)Date of publication of application : 06.06.1997

(51)Int.Cl. H01L 21/205  
B01J 4/00  
C23C 16/44  
H01L 21/285

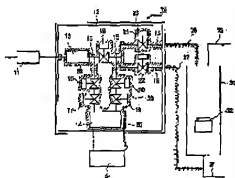
(21)Application number : 07-310750 (71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD  
(22)Date of filing : 29.11.1995 (72)Inventor : SHIMAZU MITSURU  
MATSUSHIMA MASATO  
OKAHISA TAKUJI

## (54) MATERIAL SUPPLIER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To use even when a material needs heating of 90° C or more.

**SOLUTION:** A flow volume controller(MFC) 11 for controlling a flow volume of carrier gas is outside a thermostatic bath 12. Heating and temperature holding means 23 heats and holds a temperature of 90° or more for a heat exchanger 13 for preheating carrier gas supplied from the MFC 11; a material container 14 for filling liquid or solid materials; a pipe passage 15 for supplying carrier gas preheated by the heat exchanger 13 directly or indirectly through materials in the material container 14 to a growth chamber 30 or a bent line 27; and a plurality of valves 16 to 22 mounted to the pipe passage 15. As the MFC 11 is outside the thermostatic bath 12, this device can be used even in a vapor growth method using materials requiring heating at a high temperature.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]  
[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number]  
[Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-148257

(43) 公開日 平成9年(1997) 6月6日

(51) Int. Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/205			H 0 1 L 21/205	
B 0 1 J 4/00	1 0 2		B 0 1 J 4/00	1 0 2
C 2 3 C 16/44			C 2 3 C 16/44	C
H 0 1 L 21/285			H 0 1 L 21/285	C

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-310750

(22) 出願日 平成7年(1995) 11月29日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社  
大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 嶋津 充

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 松島 政人

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 阿久 拓司

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友  
電気工業株式会社伊丹製作所内

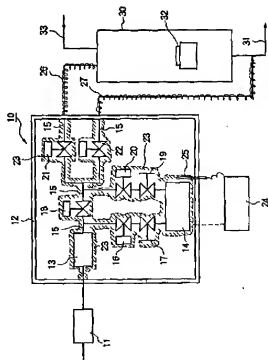
(74) 代理人 弁理士 長谷川 芳樹 (外3名)

(54) 【発明の名称】 原料供給装置

(57) 【要約】

【課題】 原料が90℃以上の加熱を必要とする場合であっても使用可能とする。

【解決手段】 キャリアガスの流量を制御する流量制御装置 (MFC) 11は、恒温槽12外にある。MFC 11から送られるキャリアガスを予熱する熱交換器13と、液体または固体原料を充填する原料容器14と、熱交換器13で予熱されたキャリアガスを直接または原料容器14内の原料を通して間接に成長室30またはペントライン27まで送る管路15と、管路15に介装した複数のバルブ16～22とは、加熱・保温手段23で90℃以上に加熱および保温する。MFC 11が恒温槽12外にあるので、高温加熱が必要な原料を用いる気相成長法でもこの装置を用いることができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 キャリアガスの流量を制御する流量制御装置と、前記流量制御装置から送られるキャリアガスを予熱する熱交換器と、液体または固体原料を充填する原料容器と、前記熱交換器で予熱されたキャリアガスを直接または前記原料容器内の原料を通して間接に成長室または排気経路まで送る管路と、前記管路に介装した複数のバルブと、前記熱交換器、前記原料容器、前記管路および前記バルブを90℃以上に加熱および保温する加熱・保温手段とを具備したことを特徴とする原料供給装置。

【請求項2】 前記加熱・保温手段はヒータ線および保温材からなることを特徴とする請求項1記載の原料供給装置。

【請求項3】 前記加熱・保温手段はランプであることを特徴とする請求項1記載の原料供給装置。

【請求項4】 前記熱交換器、前記原料容器、前記管路および前記バルブを恒温槽内に設置し、前記恒温槽内に温度センサを設けるとともに、前記温度センサからのデータに基づき保温が一定の温度となるように加熱・保温手段を制御する温度制御装置を具備したことを特徴とする請求項1、2または3記載の原料供給装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、原料供給装置に係り、特に気相成長装置に用いる原料供給装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に、半導体素子の製造には、種々の気相成長法が用いられている。その中で、例えば、砒化ガリウム ( $\text{GaAs}$ ) や炭化インジウム ( $\text{InP}$ ) などの化合物半導体の製造方法である有機金属気相成長法 (OM-VPE法) は、有機金属原料と水素化金属原料とを熱分解させて基板上に薄膜結晶を成長する気相成長法である。このような気相成長法では、原料をガスの状態で成長室へ導入している。

【0003】 上記OM-VPE法の場合、例えば砒素 ( $\text{As}$ ) や炭 ( $\text{P}$ ) の原料として用いるアルシン ( $\text{AsH}_3$ ) やホスフィン ( $\text{PH}_3$ ) などの水素化金属原料は、ガス原料であるので、そのまま輸送している。一方、ガリウム ( $\text{Ga}$ ) やインジウム ( $\text{In}$ ) の原料として用いるトリエチルガリウム ( $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{Ga}$ ;  $\text{TGa}$ ) やトリメチルインジウム ( $(\text{CH}_3)_3\text{In}$ ;  $\text{TMI}$ ) などの有機金属原料は、液体または固体であることから、水素ガス等のキャリアガスで輸送することとしている。つまり、 $\text{TGa}$  は液体であるので、水素ガスを導入してバブリングさせて  $\text{TGa}$  を輸送している。また、 $\text{TMI}$  は固体であるので、昇華したガスを水素ガス等で輸送している。

【0004】 ここに、原料の輸送量は、原料の温度で決まる飽和蒸気圧とキャリアガスの流量で制御される。例

えば、 $\text{TGa}$  の場合には20℃で4.6 mmHg、 $\text{TMI}$  の場合には20℃で1.8 mmHgの飽和蒸気圧を示し、 $\text{TGa}$  や  $\text{TMI}$  は、この程度の蒸気圧で十分な量の原料を供給することができる。

【0005】 ところが、例えばA1原料であるトリエチルアルミニウム ( $(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{Al}$ ;  $\text{TEAl}$ ) の場合には、70℃まで加熱しないと実用的な蒸気圧1.8 mmHgが得られない。このように、室温以上に原料を加熱した場合には、原料容器から成長室までの間を加熱しないと低温部において原料が凝縮してしまう。そのため、従来では、恒温槽の中で原料を直接に加熱し、発生した原料ガスを同じく恒温槽の中に設けた流量制御装置で制御し、原料容器から成長室に至るまでの間を加熱するようにしている。

【0006】 図2は、従来のテトラエトキシシラン ( $(\text{OC}_2\text{H}_5)_4\text{Si}$ ;  $\text{TEOS}$ ) 用の原料供給装置を示す。この装置では、恒温槽1内に、 $\text{TEOS}$  を充填した原料容器3と、キャリアガスの開閉を行うバルブ4、5と、バージガスの開閉を行うバルブ6と、ガスの流量の制御を行う流量制御装置 (MFC) 7とが設置されている。そして、MFC 7から送られるガスは、図示を省略した成長室へランバルブを介して供給される一方、排気の場合には、ベントバルブを介して排気経路へ送られるようになっている。ここで、ランバルブおよびベントバルブは、恒温槽1外にあり、成長室近傍に設けられている。また、原料容器3から成長室に至るまではMFC 7を介して配管され、ランバルブおよびベントバルブとともに恒温槽1外の管路も成長室に至るまで加熱・保温する構造になっている。

【0007】 このような原料供給装置を用いて気相成長を行う場合、所定の温度で発生した飽和蒸気圧の原料ガスは、キャリアガスとともに、その温度を維持するように恒温槽1内で加熱・保温されているMFC 7で流量が制御され、成長室へ送られる。

【0008】  $\text{TEOS}$  は、27℃で3.0 mmHgの飽和蒸気圧を示し、82℃では43.5 mmHgの飽和蒸気圧を示すが、現実には、成長速度を上げる等の関係から、上記装置における原料容器3の温度は82℃に、恒温槽1の温度は85℃に設定している。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】 上記従来の原料供給装置においては、MFC 7は原料容器3よりも成長室側 (下流側) に配置されているので、ガスを所定の温度より低温にさせないため、MFC 7を原料供給装置の恒温槽1内に配置している。したがって、90℃以上に加熱しないと実用的な蒸気圧が得られず、十分な量の原料を供給することができない原料を用いる場合にあっては、MFC 7の耐熱性の点から使用できないという問題があった。

【0010】 また、従来のように、ランバルブおよびベ



3  
ントバルブを成長室近傍に配置すると、原料容器3から成長室までに10m程度の配管を要する。ここで、10mの直管を加熱するのであれば、テープヒータを巻き付ければ比較的容易に加熱することができ、温度制御も1台の温度センサを管路に設置すればよい。しかし、実際の装置内には多数の継ぎ手や曲げ部があり、また配管の固定のために台座を用いる必要がある。さらに、原料供給装置と成長室とは管体を分けるため、隔壁を貫通するパルクヘッドユニオンのような継ぎ手がある。このように、台座や継ぎ手があると、熱容量が大きくなったり、熱の逃げが発生する。したがって、その部分の温度を計測してヒータにフィードバックする必要がある。場所毎に温度センサを設置し、ヒータを分割しなければならない。特に、高温になるほど温度制御は困難となる。また、ランバルブおよびベントバルブは、高温タイプでは特に熱容量が大きいため、単独で加熱すると温度を安定させることが困難である。

【0011】本発明は、かかる従来の問題点に鑑みてなされたもので、原料が90℃以上の加熱を必要とする場合であっても使用可能な原料供給装置を提供することを目的とする。

【0012】特に、請求項4に係る発明は、上記目的に加え、安定した温度制御を容易に行うことができる原料供給装置を提供することを目的とする。

#### 【0013】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するために、請求項1に係る発明は、キャリアガスの流量を制御する流量制御装置と、前記流量制御装置から送られるキャリアガスを予熱する熱交換器と、液体または固体原料を充填する原料容器と、前記熱交換器で予熱されたキャリアガスを直接または前記原料容器内の原料を通して間接に成長室または排気経路まで送る管路と、前記管路に介装した複数のバルブと、前記熱交換器、前記原料容器、前記管路および前記バルブを90℃以上に加熱および保温する加熱・保温手段とを具備して原料供給装置を構成した。

【0014】この原料供給装置は、流量制御装置を原料容器より上流側に設けるとともに、高温に加熱しない構成としたので、90℃以上の加熱を必要とする原料を用いる気相成長法の場合であっても適用することができる。

【0015】請求項2に係る発明は、請求項1に係る原料供給装置において、前記加熱・保温手段はヒータ兼および保温材からなることを特徴とする。

【0016】ヒータ線は、熱交換器、原料容器、管路およびバルブに巻き付けられ、溶接して設けられるとよい。

【0017】請求項3に係る発明は、請求項1に係る原料供給装置において、前記加熱・保温手段はランプであることを特徴とする。

【0018】請求項4に係る発明は、請求項1に係る原

料供給装置において、前記熱交換器、前記原料容器、前記管路および前記バルブを恒温槽内に設置し、前記恒温槽内に温度センサを設けるとともに、前記温度センサからのデータに基づき保温が一定の温度となるように加熱・保温手段を制御する温度制御装置を具備したことを特徴とする。

【0019】この原料供給装置では、熱交換器、原料容器、管路およびランバルブやベントバルブなどのバルブ全体を恒温槽内に配置し、恒温槽内に温度センサを設けて温度制御するので、安定した温度制御を容易に行うことができる。

#### 【0020】

##### 【発明の実施の形態】

(実施形態1) 図1は、本実施形態の原料供給装置10を示すものである。この原料供給装置10では、キャリアガスの流量を制御するMFC11は、恒温槽12外に配置されている。恒温槽12内には、MFC11から送られるキャリアガスを予熱する熱交換器13と、液体または固体原料を充填する原料容器14と、キャリアガスや原料ガスを輸送する管路15と、その管路15に介装された複数の高温用のバルブ16、17、18、19、20、21、22が設けられている。そして、これら熱交換器13、原料容器14、管路15およびバルブ16～22は、ヒータ線と保温材からなる加熱・保温部材23が巻き付けられている。

【0021】この加熱・保温部材23は、恒温槽12外に設けられた温度制御装置24に接続されている。また、原料容器14の周囲の加熱・保温部材23内には、温度センサ25が挿入されている。温度制御装置24は、温度センサ25からのデータに基づき、保温が一定の温度となるように加熱・保温部材23を加熱制御することができるようになっている。

【0022】恒温槽12内の部材配置を説明すると、MFC13側(上流側)に熱交換器13が配置され、その下流側の管路15は分岐されている。分岐した一方の管路15は原料容器14に接続され、他方の管路15は恒温槽12外へ延びている。熱交換器13と原料容器14との間の管路15には、上流側から順に高温用空気駆動のバブリングバルブ16と原料容器14付属の高温用手動のバルブ17が介装されている。一方、前記他方の管路15には、高温用空気駆動のバイパスバルブ18が介装されている。そして、原料容器14からバイパスバルブ18の下流の管路15へ延びる管路15には、原料容器14側から順に原料容器14付属の高温用手動のバルブ19と高温用空気駆動のバブリングバルブ20が介装されている。さらに、バイパスバルブ18の下流の管路15は分岐され、分岐された一方の管路15は恒温槽12外に設けた成長室30に接続されるランライン26となり、他方の管路15は成長室30に接続した排気管31に合流されるベントライン(排気経路)27となる。

【0023】バイパスバルブ18から成長室30へ延びる管路15のうち、恒温槽12内の管路15には高温用空気駆動のランバルブ21が介装されている。一方、バイパスバルブ18から排気管31に合流する管路15のうち、恒温槽12内の管路15には高温用空気駆動のベントバルブ22が介装されている。

【0024】このような構成の原料供給装置10を用いて、例えばInの結晶成長を行うには、以下のようにする。

【0025】まず、成長室30内に、GaAs(100)面基板32を設置する。次に、固体原料である三塩化インジウムを充填した原料容器14付属の手動のバルブ17、19を開き、温度センサ25で温度を計測しながら、熱交換器13、原料容器14、各バルブ16～22および管路15、すなわち恒温槽12内の各部材の温度が250℃になるように温度制御装置24により加熱・保温部材23を加熱制御する。

【0026】管路15にはMFC11で流量を制御した窒素ガスを流す。成長前には、キャリアガスは熱交換器13、バイパスバルブ18、ベントバルブ22、ヒータで加熱されたペントライン27へ流す。恒温槽12内の温度が250℃で安定したところで、バブリングバルブ16、20を開き、バイパスバルブ18を閉じて三塩化インジウムの輸送を開始する。

【0027】基板32を700℃まで加熱し、成長室30に接続した管路33から200sccmのアンモニア(NH<sub>3</sub>)ガスを導入した後、ベントバルブ22を閉じ、ランバルブ21を開いて三塩化インジウムガスをヒータで250℃に加熱されたランライン26に切り換え、成長を開始する。MFC11で窒素ガスの流量は100sccmに制御する。

【0028】60分の成長後、ランバルブ21を閉じ、ベントバルブ22を開いて三塩化インジウムガスをペントライン27に切り換えて成長を終了する。成長終了後、バイパスバルブ18を開き、バブリングバルブ16、20を閉じて三塩化インジウムの輸送を終了する。恒温槽12の温度を室温に戻した後、原料容器14付属の手動のバルブ17、19を閉じる。

【0029】このような気相成長の結果、基板32上には2μmのInNが成長していた。また、X線回折測定の結果、立方晶のInNのピークが観測された。

【0030】以上のように、本実施形態では、MFC11を原料容器14より上流側に設けるとともに、加熱し

ない構成としたので、90℃以上の加熱が必要な三塩化インジウムを原料とする気相成長法の場合であっても適用できる。

【0031】特に、熱交換器13、原料容器14、管路15およびバルブ16～22全体を恒温槽12内に配置し、恒温槽12内に温度センサ25を設けて温度制御することとしたので、安定した温度制御を容易に行うことができる。また、ランバルブ21およびベントバルブ22を恒温槽12内に設けたので、両バルブ21、22から成長室30までの配管長を短くすることができ、原料の切換えを迅速に行うことができ、エピタキシャル界面の急峻性が向上する。

【0032】(実施形態2)上記実施形態1の原料供給装置10の加熱・保温部材23の代わりに、恒温槽12内に赤外線ランプを設置し、温度制御装置24で恒温槽12内の温度が250℃になるように制御した後、実施形態1と同様に三塩化インジウムとアンモニアからInNの成長を行う。

【0033】成長の結果、基板32上には2μmのInNが成長していた。また、X線回折測定の結果、立方晶のInNのピークが観測された。

【0034】【発明の効果】以上のように、本発明の原料供給装置によれば、流量制御装置を原料容器より上流側に設けるとともに、高温に加熱しない構成としたので、90℃以上の加熱を必要とする原料を用いる気相成長法の場合であっても適用することができる。

【0035】さらに、熱交換器、原料容器、管路およびランバルブやベントバルブなどのバルブ全体を恒温槽内に配置し、恒温槽内に温度センサを設けて温度制御することすれば、安定した温度制御を容易に行うことができる。

【図面の簡単な説明】

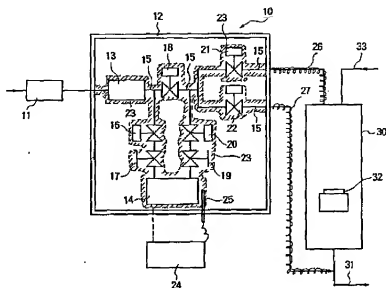
【図1】本発明の実施形態の原料供給装置を示す概略構成図である。

【図2】従来の原料供給装置を示す概略構成図である。

【符号の説明】

10…原料供給装置、11…流量制御装置(MFC)、12…恒温槽、13…熱交換器、14…原料容器、15…管路、16、20…バブリングバルブ、17、19…バルブ、18…バイパスバルブ、21…ランバルブ、22…ベントバルブ、26…ランライン、27…ベントライン、30…成長室、31…排気管、32…基板

【図1】



【図2】

